

Magnetoelastische Sensoren für die Überwachung von mechanischen Verformungen in Verbundwerkstoffen

B. Wielage, Th. Mäder*, D. Weber*, H. Mucha***

** Lehrstuhl für Verbundwerkstoffe / TU Chemnitz*

*** Lehrstuhl Keramische Werkstoffe / IMA Bayreuth*

thomas.maeder@mb.tu-chemnitz.de

Abstract

Eine ortsauflösende Spannungs- und Dehnungssensortechnik soll durch die Nutzung magnetostriktiver Materialien auf der Oberfläche von Kohlenstoffeinzelfasern (C-Fasern) und Mikrofeinstrukturierung dieser Schichten erzeugt und zur elektronischen Überwachung des Belastungszustandes von sicherheits- oder servicerelevanten Faserverbundbauteilen eingesetzt werden. Eine auf lokaler Gasphasenabscheidung und Mikrostrukturierung mittels der Focused Ion Beam (FIB)-Technik beruhende Sensorfabrikationsmethode wurde gemeinsam mit dem Institut für Mikrotechnologie Hannover (imt) entwickelt. Mehrschichtig mittels CVD und PVD bedampfte und zusätzlich galvanisch beschichtete C-Fasern weisen neuartige Eigenschaften auf, die im vorgestellten Vorhaben am Lehrstuhl für Verbundwerkstoffe (LVW) charakterisiert wurden. Insbesondere die Untersuchung der verschiedenen Schichten sowie deren Interfaces nehmen eine bedeutende Rolle ein.

1 Prinzip des magnetoelastischen Sensors

Die Entwicklung eines Sensors, der bei Integration in Bauteile aus Polymermatrixverbundwerkstoffen die Struktur des Werkstoffs nur minimal beeinflusst, ist Ziel dieses Vorhabens. Durch die Dimensionierung auf Durchmesser von kleiner als 10 μm werden Spannungsspitzen innerhalb des Verbundwerkstoffes vermieden und der Einfluss des Sensors auf die Struktur des Verbundes minimiert. Beim Betrieb eines solchen Sensors ist es möglich artefaktarme Untersuchungen des Belastungszustands des Verbundes durchzuführen. Im vorliegenden Vorhaben wird dieser Sensor auf der Grundlage des Villari-Effektes betrieben. Dieser besagt, dass sich die magnetische Permeabilität bestimmter Werkstoffe bei mechanischer Belastung verändert. Für den zu entwickelnden Sensor wurde NiFe_{45/55} als magnetostriktives Material ausgewählt. Dieses wird als eine erste Schicht auf einer C-Faser abgeschieden. Die Messung der Veränderung der magnetischen Permeabilität des Verbundes aus C-Faser und NiFe-Schicht unter Last, kann auf zwei Wegen erfolgen. Nach dem Trafo-Prinzip ist die NiFe-Schicht von zwei untereinander und auch von der Schicht elektrisch isolierten Kupferspulen umgeben. Mit Hilfe der einen Spule wird in der zweiten Spule eine Spannung induziert. Durch Änderung der Permeabilität ändert sich die Induktion. Dieser Effekt kann durch eine veränderte Induktionsspannung gemessen werden. Daneben ist es möglich mit nur einer zylindrischen Kupferspule am Sensorumfang, welche mit einer Kapazität parallel geschaltet ist, einen Schwingkreis aufzubauen (Sensor – siehe Abb. 1). Durch Bestimmung der Resonanzfrequenz des Schwingkreises kann auf die Veränderung der Permeabilität geschlossen werden. Die Entkopplung von Kupferspule und NiFe-Schicht wird durch eine isolierende Zwischenschicht erreicht (Si₃N₄, Al₂O₃, Lacke). [1, 2]

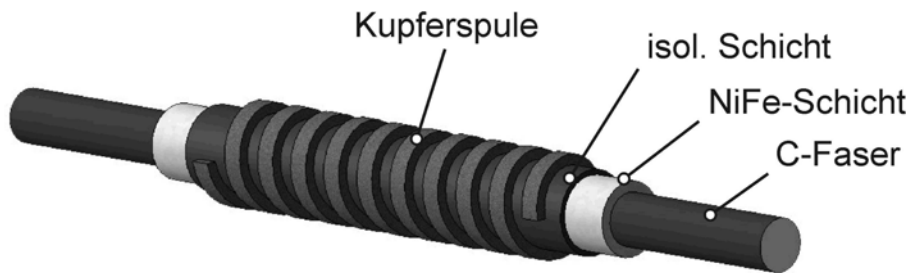


Abb. 1: Prinzipbild des magnetoelastischen Sensors – Schwingkreis-Prinzip

2 Herstellung magnetoelastischer Sensoren

Die im ersten Schritt thermisch oder durch Auflösung in Aceton entschlichtet und anschließend vereinzelte C-Faser (LVW) wird mittels verschiedener Verfahren der Gasphasenabscheidung in mehreren Stufen beschichtet (imt). Die NiFe45/55-Schicht sowie die zuerst als Schicht aufgebrachte Kupferspule werden durch Kathodenzerstäubung aufgebracht. Um eine allseits gleichmäßige Schichtdicke beim PVD-Beschichten zu erzielen, wird die Faser mit Hilfe der Trägervorrichtung zweifach gewendet und jeweils von drei Seiten beschichtet. Das Aufbringen der elektrisch entkoppelnden Zwischenschicht aus Si_3N_4 erfolgt durch das PECVD-Verfahren. Nach dem Abscheiden der Kupferschicht folgt die Strukturierung dieser unter Zuhilfenahme einer Focused Ion Beam-Anlage (FIB) [3]. Eingespannt in einer Einzelfaserdrehbank sputtert der auf die Kupferoberfläche gerichtete Ionenstrahl des FIB diese Schicht selektiv ab, sodass ähnlich dem Gewindedrehen eine Spirale, die Kupferspule, auf der Oberfläche des Sensors verbleibt. Im letzten Arbeitsschritt wird die Spule kontaktiert. [1]

3 Durchgeführte Untersuchungen

Die Absicherung der Sensorfunktion durch Gewährleistung einer reproduzierbaren Fertigung optimaler Schichten stellt zum jetzigen Zeitpunkt das vorrangige Forschungsziel dar. Um die Schichtqualität zu optimieren und die besten Beschichtungsparameter zu identifizieren, werden die Beschichtungsergebnisse detailliert mit Hilfe mikroskopischer Verfahren untersucht. Die Charakterisierung der Schichten sowie der verschiedenen Grenzflächen dient der Aufnahme von Fehlstellen sowie dem Erkennen möglicher Fehlerquellen dafür.

Beschichtete C-Fasern werden bei der materialografischen Präparation in Epoxydharz eingebettet. Durch Schleifen entstehen im Anschluss hochwertige Querschnitte. Die Überprüfung der Probenqualität erfolgt danach im Lichtmikroskop und lässt erste Aussagen zur Schichtqualität zu. Die dann folgenden detaillierten REM-Studien, sowohl am LEO 1455VP als auch am NEON 40EsB, ermöglichen eine Bewertung der Mikrostruktur der Einzelschichten, das Auffinden von Fehlstellen und die Ermittlung von möglichen Ursachen. Zudem werden röntgenspektroskopische Untersuchungen (EDXS) zur Analyse der Elementzusammensetzung der Schichten und der C-Fasern herangezogen, um eine Überprüfung der Diffusionsvorgänge während der Beschichtungsprozesse vorzunehmen.

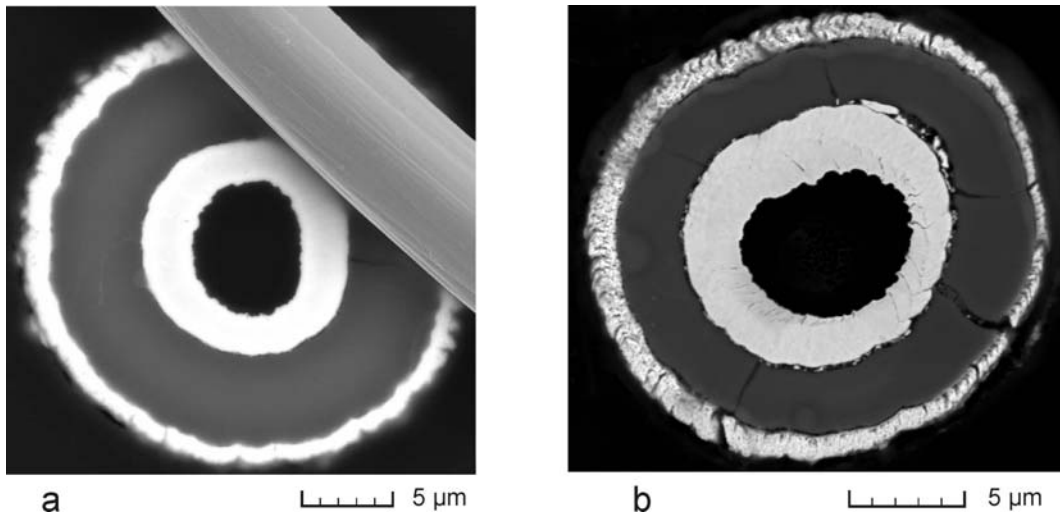


Abb. 2: REM-Aufnahmen von C-Fasern (T300) mit 3-Schicht-Systemen: **a** intakte Schichten, **b** Schichten mit Fehlstellen

Ergänzend schließen sich mechanische Versuche beschichteter Einzelfasern mit dem Einzelfaserzugmodul an.

4 Ergebnisse der Untersuchungen

Wie in den beiden Abbildungen 2a und 2b zu erkennen ist, variieren die Schichteigenschaften derzeit noch sehr stark. Durch viele Proben mit hoher Schichtqualität zeigt sich aber bereits, dass eine hochwertige Beschichtung mit den verwendeten Verfahren erzielbar ist (s. Abb. 2a). Die Fertigung der Sensoren nach dem im Abschnitt 2 beschriebenen Verfahren ist daher machbar. Im Folgenden sollen die ermittelten Eigenschaften der Einzelschichten bezüglich Qualität und Struktur ausgewertet und diskutiert werden.

Die **NiFe45/55-Schichten** zeigen überwiegend eine homogene Materialverteilung sowie eine ausgezeichnete Haftung auf dem C-Faser-Substrat. Die starke Haftung wurde nach Vorversuchen durch Beschichten mit Cr als Haftvermittler erzielt. Die elektronenoptisch beobachtete Schichthaftung muss nun durch Zugversuche zusätzlich belegt werden. An der Grenzfläche zwischen C-Faser und NiFe45/55-Schicht ist eine starke Schichthaftung von besonderer Bedeutung. Damit eine Änderung der magn. Permeabilität hervorgerufen wird, muss diese erste Schicht die Dehnung der Faser vollständig nachvollziehen. Bei einigen Proben wurde die Bildung von Poren in radialer Richtung beobachtet (s. Abb. 3e, f). Durch Abschattungseffekte auf der dem Sputter-Target abgewandten Seite der C-Faser tritt ein ungleichmäßiges Schichtwachstum, insbesondere an stark zerfurchten Bereichen der fibrillären Faseroberfläche, auf. Aus diesem Sachverhalt resultiert die Notwendigkeit zur Verwendung von C-Fasern mit möglichst glatter Oberfläche. Beim ersten Beschichtungsschritt entstandene Fehlstellen pflanzen sich bei den folgenden Beschichtungsschritten nach Drehung der C-Faser fort. Die Orientierung der Fehlstellen verändert sich dann nur um den jeweiligen Substrat-Drehwinkel von 120° . Zwischen den einzelnen Beschichtungen ist eine Grenzfläche erkennbar (vgl. Abb. 3e, f). Stark ausgeprägt ist diese nach dem ersten Beschichtungsschritt. Auslöser könnten Oxidationsprozesse sein, da die Probe zum Wenden durch Öffnen der Kammer der Umgebungsluft ausgesetzt wird. Unterschiedliche Abkühlzeiten könnten dann für den Grad der Oxidation ver-

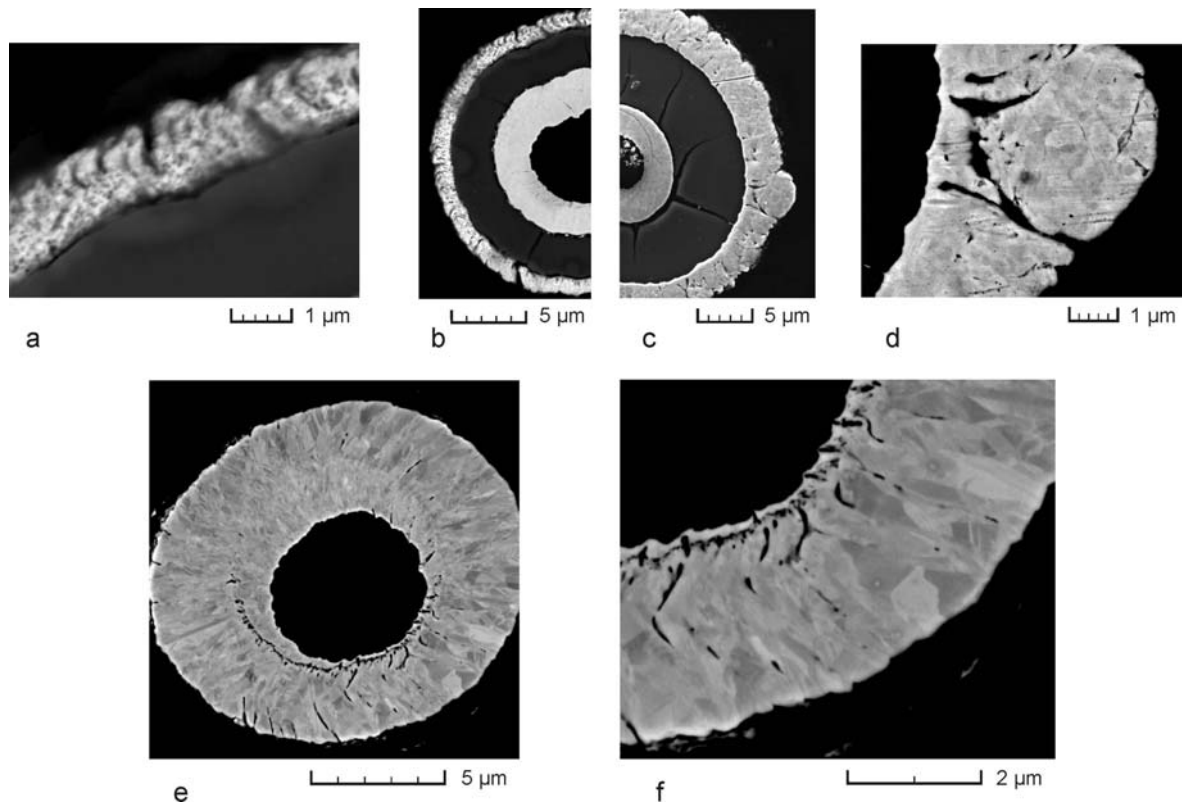


Abb. 3: REM-Aufnahmen verschiedener Querschnitte beschichteter C-Fasern (T300): **a** mikroporöse Cu-Schicht (HR-Bild von **b**), **b** Übersichtsaufnahme einer beschichteten C-Faser mit mikroporöser Cu-Schicht, **c** Übersichtsaufnahme einer besch. C-Faser mit Blumenkohl-ähnlicher Cu-Schicht, **d** HR-Bild der Cu-Schicht von **c** (Streifen sind präparationsbedingt), **e** NiFe45/55-Schicht mit Fehlstellen, **f** HR-Bild der NiFe45/55-Schicht von **e**

antwortlich sein. Die Mikrostruktur der NiFe45/55-Schichten ist kristallin. Die Kristallite sind hauptsächlich radial ausgerichtet bzw. in Richtung des Sputter-Targets orientiert. Es sind Zwillinge zu erkennen und die Korngrenzen sind einzeln identifizierbar (s. Abb. 3f). In weiteren Untersuchungen ist zu klären, ob sich die erkennbaren Kontraste ausschließlich aus der Orientierung der Kristallite ergeben oder zusätzlich verschiedene Phasen durch eine unterschiedliche Kristallitzusammensetzung diese Abbildungskontraste hervorrufen.

Die **Si₃N₄-Schichten** zeigen eine durchgehend schlechte Haftung auf den NiFe45/55-Schichten. An der Grenzfläche zur darunter liegenden Schicht sind ausnahmslos Hohlräume zu finden. Bei den Schichten mit Schichtdicken von über 2 μm treten vermehrt Risse in radialer Richtung auf (s. Abb. 3c). Diese deuten auf Eigenstressungen in der Schicht hin. Womöglich werden diese durch die Abkühlung von der Beschichtungstemperatur infolge negativer thermischer Ausdehnung hervorgerufen. Durch eine Reduzierung der Schichtdicken oder die Verringerung der Prozesstemperatur kann diesem Effekt entgegengewirkt werden. Die schwache Schichthftung auf NiFe45/55 muss sich allerdings nicht negativ auf die Funktionsweise des Sensors auswirken. Sollte der innere Sensorkern (C-Faser und NiFe45/55-Schicht) nur in der keramischen Schicht gleiten, würde dies eine geringere Steifigkeit des Sensors bewirken. Dieser könnte so in seiner Steifigkeit an die der umgebenden Verstärkungsfasern angepasst ein deutlicheres Signal ausgeben. Die Mikrostruktur der Si₃N₄-Schichten ist sehr homogen und es treten keine Poren oder Fehlstellen

auf. Zudem ist im Vergleich zu den beiden anderen Schichten keine ausgeprägte Kristallitstruktur zu erkennen (vgl. Abb. 3c).

Untersuchungen der mittels PVD abgeschiedenen **Kupferschichten** zeigen sehr unterschiedlich aufgebaute Mikrostrukturen. Die Schichten ähneln teilweise der Struktur von Blumenkohl mit dicht zusammenhängenden Röschen (s. Abb. 3c, 3d). Cu-Schichten weiterer Proben zeigen eher eine stark poröse Struktur, vergleichbar mit einem mikroporösen Schaum (s. Abb. 3a, 3b). Das Schichtwachstum ist nicht homogen, in allen Fällen unterbrochen durch Hohlräume. Das Gefüge der Cu-Schicht besteht aus kleinen Kristalliten, die ohne erkennbare Orientierung vorliegen. Die Schichthftung auf der Si_3N_4 -Oberfläche ist, wie Abb. 3a zeigt, unzureichend und die Grenzfläche zeichnet sich durch Hohlräume aus. Aus den stark variierenden Erscheinungsformen ist abzuleiten, dass der PVD-Prozess zur Cu-Abscheidung noch nicht stabil abläuft, einige Einflüsse des Verfahrens noch nicht hinreichend bekannt sind und eine Reproduzierbarkeit derzeit nicht gewährleistet werden kann. Ursachen für Fehlstellen können Verunreinigungen durch andere Elemente oder Oxidationsprozesse, die beim Drehen der Proben auftreten, sein. Aus diesen Erkenntnissen ist abzuleiten, dass die Rotation der Proben bei Beschichtung mit Cu als auch mit Ni-Fe45/55 in geschlossener Kammer erfolgen sollte, um Oxidationsprozesse auszuschließen. Unter Umständen könnte ein Anätzen der Probenoberfläche innerhalb der Vakuumkammer vor jedem weiteren Beschichtungsschritt die Oxidschicht eliminieren und das Beschichtungsergebnis verbessern.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Mit der Weiterführung der beschriebenen Untersuchungen sollen beobachtete Effekte der Beschichtung eingegrenzt und deren genaue Ursache ermittelt werden. TEM-Untersuchungen mit mittels FIB-Dünnschichtpräparation hergestellten Proben sollen diese Untersuchungen ergänzen [3]. Nachdem erste Sensoren fertig gestellt wurden, ist deren Charakterisierung und Kalibrierung vorgesehen. Der Einfluss unterschiedlicher Schichtdicken sowie mechanische Kennwerte der Schichten sollen durch Einzelfaserzugversuche und mit Hilfe von Simulationen ermittelt werden. Verfahren zur Integration der Sensoren in Verbundbauteile und die Messung der Lastverteilung innerhalb von Verbundwerkstoffen schließen die Entwicklung des magnetoelastischen Sensors ab.

Literatur

- [1] Belski, A. ; Gatzen, H. H.: Einsatz dünnfilmtechnischer Fertigungsverfahren zur Herstellung eines magnetoelastischen Sensors auf Kohlenfaserbasis, Tagungsband zum 11. Werkstofftechnisches Kolloquium, S. 269-274, 2008
- [2] Dinulovic, D. ; Gerdes, H. ; Mucha, H. ; Wielage, B. ; Gatzen, H. H.: Carbon Fiber with Magnetoelastic Sensing Capability for Composite Material, ASPE, S. 218, 2007
- [3] Mucha, H. ; Kato, T. ; Arai, S. ; Saka, H. ; Kuroda, K. ; Wielage, B.: Focused Ion Beam Preparation Techniques dedicated for the Fabrication of TEM Lamellae of Fibre-Reinforced Composites. Journal of Electron Microscopy Band 54, Heft 1, S. 1-7, 2005